

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-177911

(43)Date of publication of application : 30.06.1998

---

(51)Int.CI. H01F 1/08  
C22C 38/00  
H01F 1/053

---

(21)Application number : 08-354297

(71)Applicant : TODA KOGYO CORP

(22)Date of filing : 18.12.1996

(72)Inventor : HAMANO MASAAKI  
YAMAZAKI MINORU  
OMOTE YUJI

---

(54) RARE-EARTH BONDING MAGNET

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a rare-earth bonding magnet, which is economical and has high performances.

SOLUTION: This rare-earth bonding magnet is the rare-earth-based magnetic material containing Nb2Fe14B-type crystal. This material is constituted of the magnetic powder, which is the crushed powder of the quickly cooled thin belt having a rare-earth-element content of 8-11at.% and iHc of 7 kOe or more and has the average particle diameter of 110 $\mu$ m or more, and the magnetic powder having the following properties. This magnetic powder is the crushed powder of replaced-spring-magnet thin belt with an average particle size of 50 $\mu$ m or less, which is constituted of soft magnetic phase and hard magnetic phase, which have a rare-earth-element content of 8wt.% or less, an iHc of 3.5-6.0 kOe, a Br of 10kG or more and a crystal-particle diameter controlled at 10-100 $\mu$ m, and amorphous phase having 10 area % or less and bonding resin. Thus, the rare-earth-bond magnet having the magnetic characteristics of the Br (remnant magnetic filed density) of 8kG or more, an iHc (coercive force) of 5 kOe or more and an energy product (BH) max of 11MGoe or more is obtained.

---

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 25.01.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-177911

(43)公開日 平成10年(1998)6月30日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>  
 H 01 F 1/08  
 C 22 C 38/00  
 H 01 F 1/053

識別記号

3 0 3

F I  
 H 01 F 1/08 A  
 C 22 C 38/00 3 0 3 D  
 H 01 F 1/04 H

審査請求 未請求 請求項の数 2 FD (全 10 頁)

(21)出願番号 特願平8-354297

(22)出願日 平成8年(1996)12月18日

(71)出願人 000166443  
 戸田工業株式会社  
 広島県広島市西区横川新町7番1号  
 (72)発明者 浜野 正昭  
 広島県大竹市明治新開1番4 戸田工業株  
 式会社大竹工場内  
 (72)発明者 山崎 実  
 広島県大竹市明治新開1番4 戸田工業株  
 式会社大竹工場内  
 (72)発明者 表 祐治  
 広島県大竹市明治新開1番4 戸田工業株  
 式会社大竹工場内  
 (74)代理人 弁理士 伊丹 健次

(54)【発明の名称】 希土類ボンド磁石

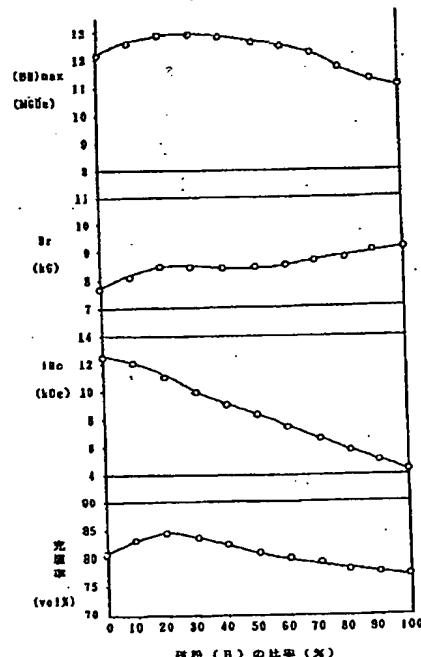
## (57)【要約】

【課題】 経済的で高性能である希土類ボンド磁石を提供する。

【解決手段】 下記磁粉 (A)、(B) 及び結合用樹脂からなり、 $B_r$  が 8 kG 以上、 $iH_c$  が 5 kOe 以上、(B-H) max が 11 MGoe 以上の磁気特性を有する希土類ボンド磁石。

(A)  $Nd_{12}Fe_{14}B$  型結晶を含む希土類系磁石材料であって、希土類元素の含有率が 8~11 at.%、 $iH_c$  が 7 kOe 以上の急冷薄帯の粉碎粉で平均粒径が 100  $\mu m$  以上の磁粉。

(B) 希土類元素の含有率が 8 at.% 以下、 $iH_c$  が 3.5~6.0 kOe で、 $B_r$  が 10 kG 以上の、結晶粒径が 10~100  $\mu m$  に制御されたソフト磁性相とハード磁性相及び 10 面積% 以下のアモルファス相とから構成される交換スプリング磁石薄帯の粉碎粉で平均粒径 50  $\mu m$  以下の磁粉。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記磁粉（A）と（B）との混合磁粉及び結合用樹脂を主たる構成成分とし、残留磁束密度Brが8kG以上、保磁力iHcが5kOe以上、エネルギー積（BH）maxが11MGOe以上の磁気特性を有することを特徴とする希土類ボンド磁石。

（A）Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型結晶を含む希土類系磁石材料であって、希土類元素の含有率が8～11at.%、保磁力iHcが7kOe以上の急冷薄帯の粉碎粉で平均粒径が100μm以上の磁粉、

（B）希土類元素の含有率が8at.%以下、保磁力iHcが3.5～6.0kOeで、残留磁束密度Brが10kG以上、結晶粒径が10～100nmに制御されたソフト磁性相とハード磁性相及び10面積%以下のアモルファス相とから構成される交換スプリング磁石薄帯の粉碎粉で平均粒径50μm以下の磁粉。

【請求項2】 圧縮成形により得られた請求項1記載の希土類ボンド磁石。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高性能でかつ経済的な希土類ボンド磁石に関し、更に詳しくは、希土類元素低含有量であるにも拘らず、残留磁束密度Brが8kG以上、保磁力iHcが5kOe以上であり、エネルギー積（BH）maxが11MGOe以上と高い性能を有する希土類系ボンド磁石に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、希土類系ボンド磁石は、Nd系等方性圧縮成形磁石を中心に、電子電気部品としてモーター用磁石の形で多用されている。特にコンピュータ搭載機器であるハードディスクドライブ（HDD）、CD-ROM、同周辺機器であるプリンタ、スキャナ、及び携帯通信機器であるペーパーライフ、セルラなどに大量に使用されている。

【0003】しかしながら、これらの機器の小型軽量化に伴い、より強力でかつ経済的な磁石の要求が近年特に高まっている。希土類系焼結磁石（Nd系、Sm系）やSm系異方性ボンド磁石は、Nd系等方性ボンド磁石よりも高エネルギー積を有する強力磁石であるが、経済性に劣るために上記機器のモーター用途には殆ど使用されていない。

【0004】Nd系等方性ボンド磁石の原料磁粉としては、現在のところ、米国GM社が開発したMQP（商品名）磁粉（MQI社製）が唯一工業規模で供給されており、このMQP磁粉の内でも、特にMQP-Bグレードが主体的に使用されている。このMQP-B磁粉の一般的な組成はNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型結晶構造の化学量論組成付近のNd<sub>12</sub>Fe<sub>16.5</sub>Co<sub>5.5</sub>B<sub>6</sub>であり、磁気特性は、公称でBr=8.2kG、iHc=9.0kOe、（BH）max=12.0MGOeであり、この磁粉を使用した圧縮

成形ボンド磁石（MQI-B10）の磁気特性は、Br=6.9kG、iHc=9.0kOe、（BH）max=10.0MGOeである（MQI社カタログによる。）。

【0005】また、特開平8-124730には、Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B化学量論組成付近のNd<sub>12</sub>±0.5at.%、保磁力iHc=10kOeの急冷粉体と、結晶粒が20～50nmに制御されたソフト磁性相とハード磁性相から構成される交換スプリング磁石粉体とを混合し、これを樹脂で固めた保磁力4～10kOeの低保磁力希土類樹脂磁石が記載されている。しかし、上記発明の目的は、要約に記載されている通り、多極着磁性に優れた希土類樹脂磁石を提供することにあり、このため、粉体混合により保磁力を低下させることが主眼となっている。したがって、実施例に記載された磁気特性も、上記MQI-B10の磁気特性を越えるものではない。以上の如く、近年ますます高磁力でかつ経済的な磁石の要求が高まっているにも拘らず、性能及び経済性の両面で十分に満足し得る磁石は未だ提案されていないのが実情である。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記実情に鑑み、現行のMQI-B10より高いBrを有し、角形性を損なわない程度のiHcを有し、結果としてMQI-B10よりも高い（BH）maxを有するボンド磁石を経済的に提供することを課題とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】一般に永久磁石の理論的なエネルギー積は、（BH）max=0.25×Br<sup>2</sup>で表される。したがって、MQI-B10よりも高エネルギー積を有するボンド磁石を得るためにには、より高いBrを有する磁粉を使用することが不可欠となる。この際に、iHcは理論的には、iHc>0.5×Brを満足すれば、角形性を損なわず、したがってエネルギー積を低下せしめることはないので、この条件を満足する限りは、上記のMQP-B磁粉よりも低いiHcを有する磁粉を用いることができる。

【0008】このような磁粉の一つとして、近年特に研究開発が盛んな交換スプリング磁石がある。交換スプリング磁石は、鉄もしくは鉄化合物とNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型正方晶化合物との交換相互作用により、磁気的なスプリング現象を示すもので、その特徴は、低希土類元素量と高い残留磁束密度Brを有することであり、コストパフォーマンスに優れた磁石となる可能性が高い。

【0009】即ち、Nd等の希土類元素量が10原子%未満の希土類一鉄一ボロン系交換スプリング磁石合金は、例えば、米GM社が開発した市販の“MQP”（商品名）のようにNd等の希土類量が化学量論組成に近い11～15原子%の希土類一鉄一ボロン系磁石合金に比べ、磁気特性上のボテンシャルが高く、また、高価な希土類の量を低減できるため経済的であるという特徴を有する。

【0010】このNd等の希土類元素量が10原子%未満の希土類-鉄-ボロン系交換スプリング磁石合金には、軟磁性相として上記の $\alpha$ FeやbccFeを含む系と、 $Fe_3B$ や $Fe_2B$ を含む系とがある。学術文献等によると、前者は、一般に残留磁束密度 $B_r$ が10~13kGと高いが保磁力 $iH_c$ は高々3.5kOe未満と低いものであり、後者は、一般に保磁力 $iH_c$ が3.5~7.7kOeと比較的高いが、残留磁束密度 $B_r$ が10kG程度以下であるため、上記MQP-B ( $B_r=8.2$ ) と比べると残留磁束密度 $B_r$ は高いが、前者の $\alpha$ Fe主体系に比べて低いものであった。

【0011】そこで、本発明では、2種類の磁粉(A)と(B)を混合し、これを用いてボンド磁石の磁気特性を改良することを着想した。すなわち、一方の磁粉として、より高い $B_r$ を有し、残存非晶質相が10面積%以下存在する $\alpha$ Fe-NdFeB系交換スプリング磁石粉末(B)を選択し、もう一方の磁粉として、上記MQP-B磁粉よりも希土類含有量が少なく経済性に富み、磁粉(B)に比して $B_r$ は低いが $iH_c$ が7kOe以上と高い既知の磁粉(A)を選択し、種々実験を行った結果、ボンド磁石の磁気特性として、 $B_r \geq 8kG$ 、 $iH_c \geq 5kOe$ 、 $(BH)_{max} \geq 11MGoe$ を実現したものである。すなわち、上記のボンド磁石MQI-B10に比して、 $iH_c$ は低いものの $B_r$ と $(BH)_{max}$ に優れ、かつ経済性に優れた磁石を提供し得ることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0012】すなわち、本発明は下記磁粉(A)と(B)との混合磁粉及び結合用樹脂を主たる構成成分とし、残留磁束密度 $B_r$ が8kG以上、保磁力 $iH_c$ が5kOe以上、エネルギー積 $(BH)_{max}$ が11MGoe以上の磁気特性を有することを特徴とする希土類ボンド磁石を内容とするものである。 $(A) Nd_2Fe_{14}B$ 型結晶を含む希土類系磁石材料であって、希土類元素の含有率が8~11at.%、保磁力 $iH_c$ が7kOe以上の急冷薄帯の粉碎粉で平均粒径が100μm以上の磁粉、(B)希土類元素の含有率が8at.%以下、保磁力 $iH_c$ が3.5~6.0kOeで、残留磁束密度 $B_r$ が10kG以上の、結晶粒径が10~100nmに制御されたソフト磁性相とハード磁性相及び10面積%以下のアモルファス相とから構成される交換スプリング磁石薄帯の粉碎粉で平均粒径50μm以下の磁粉。

【0013】本発明に使用される磁粉(B)としては、本発明者らによって先に開発され特許出願中(特願平8-226021)のものが好適であり、具体的には、式 $R_xFe_{100-x-y-z-w}Co_yM_zB_w$ 〔但し、Rは、Nd、Pr、Dy、Tb及びCeから選ばれた希土類元素の一種又は二種以上、Mは、Ti、V、Cr、Zr、Nb、Mo、Hf、Ta、W、Mn、Cu、Ga、Zn、In、Sn、Bi、Ag及びSiから選ばれた元素の一種又は二種以上、x、y、z及びwは、それぞれ原子比

で $5 \leq x \leq 10$ 、 $1.0 \leq y \leq 9.0$ 、 $0.1 \leq z \leq 5$ 、 $2 \leq w \leq 7$ 、かつ、 $9 \leq (x+w)$ 、 $5 < (y+z)$ 〕で表わされる組成を有し、且つ、 $\alpha$ Fe、bccFe及びこれらと上記Mとの固溶体を含む軟磁性結晶相とNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B<sub>1</sub>型正方晶系結晶からなる硬磁性結晶相とのそれぞれが、軟磁性非晶質相中に析出している合金組織を有しており、前記軟磁性非晶質相が全合金組織に対し10面積%以下であって、残部が前記軟磁性結晶相と前記硬磁性結晶相であり、且つ、前記軟磁性結晶相が全結晶組織に対し少なくとも50面積%であって、残部が前記硬磁性結晶相であることを特徴とする希土類-鉄-ボロン系磁石合金である。上記技術によれば、本発明に用いられる磁粉(B)、すなわち、希土類元素の含有率が8at.%以下、保磁力 $iH_c$ が3.5~6.0kOeで、残留磁束密度 $B_r$ が10kG以上の、結晶粒径が10~100nmに制御されたソフト磁性相とハード磁性相及び10面積%以下のアモルファス相とから構成される交換スプリング磁石薄帯の粉碎粉で平均粒径50μm以下の磁粉を容易に調製することができる。

【0014】磁粉(B)の希土類元素の含有率が8at.%を越えると、相対的に鉄属の含有量が低下するため本発明の磁粉(B)の要件である10kG以上の高 $B_r$ が得難くなり、一方、下限は特に制限されないが、 $iH_c$ を3.5kOe以上に保つためには、希土類元素含有率は5at.%以上であることが好ましい。また、保磁力 $iH_c$ が3.5kOe未満では、混合磁粉による $B_r$ の上昇効果よりも、 $iH_c$ の比例的低下の度合が大きくなり、結果として $(BH)_{max} \geq 11MGoe$ を達成できず、一方、6.0kOeを越えると、一般に相対的に $B_r$ が低下することが多くなり、磁粉(B)の要件である10kG以上の高 $B_r$ が得難くなる。好ましくは5.5kOeである。更に、残留磁束密度 $B_r$ が10kG未満では $B_r$ が小さすぎ、結果として、本発明の目的とする高性能のボンド磁石が得られず、一方、上限は特に制限されないが、 $iH_c$ を3.5kOe以上というバランスを考慮すると、15kG以下となるのが通常である。磁粉(B)は、合金組織がナノコンポジット構造になっており、ハード磁性相であるNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型結晶の大きさは10~100nmであり、ソフト磁性相である $\alpha$ Feや鉄化合物の結晶粒径も10~100nmである。これらの結晶粒径が10nm未満では一般に超常磁性的ふるまいが多くなり、 $B_r$ の低下を招き、一方、100nmを越えると保磁力の低下が著しくなる。また、10面積%以下、好ましくは10~1面積%を占める残部のアモルファス相がこれらの結晶相を取り囲んでいるので、合金を粉碎し、例えば平均粒径50μm以下の粉体としても、著しく磁気特性を劣化させることはない。残部のアモルファス相が10面積%を越えると、軟磁性結晶相と硬磁性結晶相との磁気的交換相互作用を弱め、保磁力の低下や減磁曲線上に変曲点をもたらす。また、1面積%未満となると、磁粉とする粉

碎時に歪を受けやすくなり、保磁力  $iHc$  の大巾低下を招く傾向がある。更に、軟磁性結晶相が全結晶組織に対し 50 面積%未満となると 10kG 以上の高  $B_r$  が得難くなり、一方、上限は特に制限されないが、 $iHc$  が 3.5kOe 以上となるためには硬磁性結晶相が 10 面積%以上は必要なため、差引すると 80 面積%が一般的な上限となる。

【0015】本発明に用いられる磁粉 (A) は、希土類元素を 8~11 at.% 含み、 $iHc$  が 7kOe 以上の既知の磁石材料からなり、主として液体急冷法と熱処理（最適急冷を施した場合は、熱処理工程を省略できることもある）によって製造される。磁粉 (A) の合金組成に関しては、本発明においては、経済性の観点から希土類元素量を限定するだけでも、他の限定は特に設ける必要がない。特に、遷移金属側の組成は、次に例示するように、種々の有効な添加元素を含んでいてもよい。

【0016】例えば、特開昭64-703号には、種々の合金が開示されており、例えば、 $Nd_{11}Fe_{79}Nb_2Ta_2B_6$  の組成の急冷リボンの磁気特性は、 $B_r = 8.3kG$ 、 $iHc = 14.9kOe$ 、 $(BH)_{max} = 14.0MGoe$  と記載されている（第1表・No.2.4）。また、特開昭64-7502号には、 $Nd_8Fe_{70}Co_{10}Zr_3Ti_1B_8$  の合金リボンの磁気特性が、 $B_r = 8.6kG$ 、 $iHc = 11.1kOe$ 、 $(BH)_{max} = 15.2MGoe$  と記載されている（第2表・No.5）。

【0017】更に、特公平4-47024号にも種々の合金が開示されており、例えば、 $Nd_{11}Fe_{72}Co_8V_{1.5}B_{7.5}$  の組成の合金は、急冷薄帯で  $B_r = 9.7kG$ 、 $iHc = 12.9kOe$ 、 $(BH)_{max} = 20.1MGoe$  の磁気特性を有すると記載されている（第1表・No.4）。これらの合金は本発明における磁粉 (A) として使用できる。

【0018】ここで、磁粉 (A) の希土類元素含有率を 8~11 at.% に限定した理由は、上記 MQP-B 磁粉に比べて、高価な希土類元素の使用量を少なくするという経済的な理由のみならず、上記の明細書に記載されているごとく、 $iHc$  が十分高い上に  $(BH)_{max}$  もより大きい上、着磁性にも優れた磁粉を得ることができるからである。さらに、 $iHc$  を 7kOe 以上とした理由は、磁粉 (B) の保磁力が低く一般的には 6kOe 程度が上限のため、磁粉混合効果によりボンド磁石の減磁曲線の角形性を損なわない程度に十分な保磁力を確保するためである。 $iHc$  の上限は特に制限されないが、ボンド磁石の着磁性を考慮すると 17kOe 以下が好ましい。

【0019】磁粉 (A) は、一般的に  $Nd_2Fe_{14}B$  型結晶単一相もしくは該主相と微量粒界相との混合相と言われているが、結晶粒径は数 10 nm 大である。しかし、これらの合金は粉碎による歪みの影響を受けやすいため、粉碎粒度を下げるに保磁力が徐々に低下するので、実用上は 100  $\mu m$  前後が粉碎粉体粒径の限界とされて

いる。

#### 【0020】

【作用】本発明は、磁粉 (B) を平均粒径 50  $\mu m$  以下に調整し、磁粉 (A) を平均粒径 100  $\mu m$  以上に調整し、(A) 対 (B) の混合比率を重量比で 1 対 9 から 9 対 1 の間に設定した混合磁粉を用いて圧縮成形により樹脂ボンド磁石を作製したところ、磁石の減磁曲線がほぼくびれのない、すなわち、減磁曲線上に目立った変曲点のないスムーズな曲線となることを知見し、そして、このスムーズ減磁曲線により、磁気エネルギー積に優れたボンド磁石を実現したものである。

【0021】粒径分布の異なる磁粉を混合し圧縮成形して、良好な特性を異方性ボンド磁石を得る例として、日本応用磁気学会誌、20, 221-224 (1996) に、北沢らにより  $Sm_2Co_{17}$  系磁粉（粒径大）と、 $Sm_2Fe_{17}N_3$  系磁粉（粒径小）との混合組合せが報告されている。該報告によれば、混合比率全域にわたってほぼくびれのないスムーズな減磁曲線を得ており、原因として、磁粉間に静磁気的な磁気的相互作用が働いたものと考察している。また、ある混合比のところで、粒度分布の差に起因して、ボンド磁石中に占める全磁粉の体積比率が上がるため、 $B_r(BH)_{max}$  の高い良好な磁気特性が実現することも報告されている。

【0022】したがって、本発明の  $Nd$  系合金を用いた等方性ボンド磁石においても、実験結果から磁粉間の磁気的相互作用が働いてスムーズな減磁曲線が得られたものと推察される。さらに、2種類の磁粉の粒径に依存するが、以下の実施例に示すように、ある混合比率のところで全磁粉の体積比率（磁粉の充填率）が極大値を有し、等方性ボンド磁石の磁気特性、特に  $B_r$  と  $(BH)_{max}$  が単純平均の値よりも向上することも確認された。

#### 【0023】

【発明の実施の形態】磁粉 (B) は、本発明者らが先に特許出願した交換スプリング磁石の粉末が好適であり、一般には、目的組成の合金を溶解法で作製し、液体急冷法などでアモルファス状態にしたのち、熱処理することにより、軟磁性非晶質相から硬磁性結晶相と軟磁性結晶相を適度な大きさで析出させ、その結果として、これら3つの相が共存した状態にし、これを粉碎して得られる粉末である。なお、熱処理と粉碎の順序は前後してもよい。

【0024】磁粉 (A) は、既知の急冷薄帯合金の粉末でよいが、前記の理由で希土類元素の含有率が 8~11 at.% で、保磁力  $iHc$  が 7kOe 以上の条件を有する必要がある。この粉末も一般には、目的組成の合金を溶解法で作製し、液体急冷法などでアモルファス状態にしたのち、熱処理し粉碎することにより得られる。この場合も、熱処理と粉碎の順序は前後してもよい。しかし、この合金は希土類含有率の範囲などの組成上の制限が主因

で、一般に单一相もしくは主相と微量粒界相との混合相からなっており、上記の磁粉（B）のごとく、軟磁性結晶相や軟磁性非晶質相は基本的な構成相とはなっていない。ただし、後者の2つの相が粒界相や不純物相としてごく微量の存在は許されることとは言うまでもない。

【0025】混合磁粉（A+B）は、磁粉（A）の粉体粒径を磁粉（B）の粒径よりも大きく設定して混合することにより、ボンド磁石中の磁粉の充填密度を高める必要がある。磁粉（A）の粉体粒径は、平均値が $100\mu\text{m}$ 以上に設定すると高特性ボンド磁石が得られる。より好適には、 $100\sim200\mu\text{m}$ である。磁粉（B）の平均粒径は、 $50\mu\text{m}$ 以下に設定する。より好適には、 $20\sim50\mu\text{m}$ である。これら磁粉の粉碎と混合は一般的な手法で行うことができる。例えば、ボールミルやアトライタミルによる粉碎、振動ふるいによる分級、リボンブレンダーやプラネタリブレンダーによる攪拌混合である。磁粉（A）と（B）の混合比率は、最も高いエネルギー積（BH）maxが得られるように設定する。この比率は、両磁粉の有する磁気特性と平均粒径によって、最適な数値が変動するので、予め実験により良く把握しておく必要がある。次に、上記の攪拌混合の最もしくは後に結合用樹脂（バインダーポリマー）等を付加し、成形用材料とするためのコンパウンドを行なうことができる。

【0026】結合用樹脂としては、圧縮成形磁石を作製する場合は、エポキシ系やフェノール系の熱硬化性樹脂が一般的であり、射出成形磁石を作製する場合は、ポリアミド（ナイロン）系、ポリフェニレンサルファイド（PPS）系や液晶樹脂系の熱可塑性樹脂が一般的である。さらに、押出成形やカレンダーロール成形も適切なバインダーを選択すれば実施可能である。本発明の希土類ボンド磁石は、前記の作用に記載した効果をより効率的に発揮でき、高磁気特性を得られる点で特に圧縮成形により製造するのが好ましい。

【0027】以下、圧縮成形磁石を主体として詳細に説明する。圧縮成形用コンパウンドには、成形を容易にしたり、磁気特性を十分に引き出す目的で、必要により、バインダーポリマーの他に、可塑剤、滑剤、カップリング剤など周知の添加物を少量含めることができる。

【0028】圧縮成形は、従来の等方性ボンド磁石を作製する方法により行なうことができる。すなわち市販のプレス成形機を用いて製造することができるが、特に、プレス圧力は、工業的に可能な限り高めに設定する方が充填密度が上がり、等方性ボンド磁石の高Br化、ひいては高（BH）max化をもたらすので有利である。

【0029】圧縮成形された磁石は、次の熱処理工程により樹脂硬化され、次いで着磁されるのが通常である。しかし、場合によっては、樹脂硬化のあと他部品と一体化されたのちに着磁されることもある。いずれの場合もパルス電流で着磁されるのが一般的である。作製された

ボンド磁石の磁気特性は、一般的には、B-Hカーブトレーサで測定される。磁石の安定性評価に必要な不可逆損失率などは、磁束計で測定される。

【0030】次に、本発明の代表的な実施態様について具体例を挙げて説明する。高保磁力磁粉である磁粉

（A）として、 $\text{Nd}_{11}\text{Fe}_{72}\text{Co}_8\text{V}_{1.5}\text{B}_{7.5}$ なる組成を選択し、その急冷薄帯を作製したのち、 $650^\circ\text{C}$ 、5分間の熱処理を施し、粉碎し粉末を作製した。この合金の粉碎前のリボンの磁気特性は、 $\text{Br}=9.7\text{kG}$ 、 $i\text{Hc}=12.9\text{kOe}$ 、（BH）max=20.1MGoeであった。一方、交換スプリング磁石の粉末である磁粉（B）として、 $\text{Nd}_{7.5}\text{Fe}_{83}\text{Co}_{4.5}\text{Nb}_1\text{B}_4$ なる組成の合金を選んだ。この合金を液体急冷法によりアモルファスとしたのち、 $740^\circ\text{C}$ 、3分間の熱処理を施した。結晶粒径は $10\sim50\text{nm}$ 、軟磁性アモルファス相は約8面積%、軟磁性結晶相は約60面積%であった。この合金の粉碎前のリボンの磁気特性は、 $\text{Br}=11.9\text{kG}$ 、 $i\text{Hc}=4.8\text{kOe}$ 、（BH）max=18.8MGoeであった。

【0031】磁粉（B）を粉体粒度 $10\mu\text{m}$ 以上、 $70\mu\text{m}$ 以下（平均粒径 $50\mu\text{m}$ ）にふるい、磁粉（A）を粉体粒度 $100\mu\text{m}$ 以上、 $200\mu\text{m}$ 以下（平均粒径 $150\mu\text{m}$ ）にふるうて粒度調整した。次に、磁粉（A）と磁粉（B）をよく混合し、全体の磁粉量に占める磁粉（B）の重量比率が、0、10、20、30、40、50、60、70、80、90、100%となるよう設定した。次にエポキシ樹脂約2重量%をバインダーとして用い、 $7\text{t/cm}^2$ の圧力をかけ圧縮成形ボンド磁石を作製し、室温の磁気特性をB-Hカーブトレーサで測定した。磁粉の充填率は、ボンド磁石の体積と密度から算出した。なお、磁粉（A）単独使用〔磁粉（B）:0%〕の圧縮成形ボンド磁石の磁気特性は、 $\text{Br}=7.7\text{kG}$ 、 $i\text{Hc}=12.5\text{kOe}$ 、（BH）max=12.2MGoeであった。また、磁粉（B）単独使用〔磁粉（B）:100%〕の圧縮成形ボンド磁石の磁気特性は、 $\text{Br}=9.2\text{kG}$ 、 $i\text{Hc}=4.5\text{kOe}$ 、（BH）max=11.1MGoeであった。

【0032】図1に磁粉（A）と磁粉（B）との混合比率が各50%の場合の減磁曲線を示す。この図1から、磁気特性の異なる磁粉を混合した場合でも、粉体粒度を適切に調整すれば、減磁曲線上に目立った変曲点のない比較的スムーズな曲線が得られ、本発明においても、異種磁粉間に磁気的相互作用が働いていることが分かる。このようなほぼ変曲点のない減磁曲線は、上記組成の混合比率のボンド磁石において得られた。

【0033】次に、図2に各混合比の磁粉を使用したボンド磁石の磁気特性と磁粉充填率を示す。図2から、充填率は磁粉（B）が20%付近で極大値をとることが分かる。これに伴い、残留磁束密度Brも同様に平均値よりも大きくなるが、磁粉（B）のBrが磁粉（A）のBr

rよりも大きいため、50%以上からは少しづつ上昇する。保磁力iHcはほぼ平均直線に従う傾向を示した。結果として、最大エネルギー積(BH)maxは磁粉(B)が20%付近で極大値をとるが、その後もBrの変化に影響され急激に落ちることなく、磁粉(B)が70%程度まではゆるやかな低下を示す。したがって、本発明の目的とする、Brが8kG以上、iHcが5kOe以上、(BH)maxが11MGoe以上を満足する磁粉(B)の混合比率は、本実施態様の場合は10~90%の範囲となる。また、最高のエネルギー積は、20%付近の12.0MGoeであった。

## 【0034】

【実施例】次に、実施例および比較例を挙げて更に詳細に説明するが、これらは本発明の範囲を何ら制限するものではない。

## 実施例1

高保磁力磁粉である磁粉(A)として、Nd<sub>8.5</sub>Fe<sub>7.0</sub>Co<sub>1.0</sub>Zr<sub>0.5</sub>Ti<sub>0.5</sub>B<sub>8</sub>なる組成合金を選び、その急冷薄帯を作製した。この薄帯の熱処理後の磁気特性は、Br=8.6kG、iHc=11.1kOe、(BH)max=15.2MGoeであった。一方の交換スプリング磁石の粉末である磁粉(B)として、Nd<sub>0.5</sub>Pr<sub>1.0</sub>Fe<sub>83.5</sub>Co<sub>4</sub>Ti<sub>1</sub>Ga<sub>0.5</sub>B<sub>4</sub>なる組成の合金を選んだ。この合金の薄帯リボンの熱処理後の磁気特性は、Br=11.6kG、iHc=4.7kOe、(BH)max=18.6MGoeであった。また結晶粒径は20~60nm、軟磁性アモルファス相は約9面積%、軟磁性結晶相は約65面積%であった。

【0035】磁粉(B)の粉体粒度を50μm以下(平均粒径35μm)にふるい、磁粉(A)の粉体粒度を100μm以上、250μm以下(平均粒径175μm)にふるって粒度調整した。その後は、前記実施の態様と同様に混合磁粉によるボンド磁石を作製し、磁気特性等を測定した。なお、磁粉(A)単独使用の圧縮成形ボンド磁石の磁気特性は、Br=6.7kG、iHc=10.7kOe、(BH)max=9.3MGoeであった。また、磁粉(B)を単独使用した圧縮成形ボンド磁石の磁気特性は、Br=9.0kG、iHc=4.5kOe、(BH)max=10.8MGoeであった。

【0036】図3に各混合比の磁粉を使用したボンド磁石の磁気特性と磁粉充填率を示す。図3から、充填率は磁粉(B)が30%付近で極大値を取ることが分かる。したがって、本発明の目的とするBrが8kG以上、iHcが5kOe以上、(BH)maxが11MGoe以上を満足する磁粉(B)の混合比率は、本実施例の場合は、20~40%の範囲となる。また、最高のエネルギー積は30%付近の12.0MGoeであった。

## 【0037】実施例2

高保磁力側の磁粉(A)として、Nd<sub>0.5</sub>Dy<sub>0.5</sub>Fe<sub>70.5</sub>Co<sub>10</sub>Ni<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>6</sub>なる組成を選び、その急冷

薄帯を作製した。この薄帯の熱処理後の磁気特性は、Br=8.4kG、iHc=12.9kOe、(BH)max=14.7MGoeであった。この薄帯を粉碎し、粉体粒度を100μm以上、300μm以下(平均粒径200μm)にふるい、粒度調整した粉末を作製した。磁粉(A)のみ使用の圧縮成形ボンド磁石の磁気特性は、Br=6.5kG、iHc=12.4kOe、(BH)max=9.0MGoeであった。一方の交換スプリング磁石の組成として、Nd<sub>0.5</sub>Fe<sub>7.0</sub>Co<sub>0.7</sub>V<sub>2</sub>B<sub>5</sub>なる組成を選び、急冷薄帯を作製した。この薄帯の熱処理後の磁気特性はBr=12.1kG、iHc=5.0kOe、(BH)max=19.7MGoeであった。また薄帯の結晶粒径は10~40nm、軟磁性アモルファス相は約7.5面積%、軟磁性結晶相は約60面積%であった。この薄帯を粉碎して、粉体粒度を40μm以下(平均粒径30μm)にふるい、磁粉(B)を作製した。磁粉(B)のみ使用の圧縮成形ボンド磁石の磁気特性は、Br=9.3kG、iHc=4.6kOe、(BH)max=11.5MGoeであった。磁粉の混合比を変化させ、前記と同様の方法でボンド磁石を作製し、その磁気特性と磁粉充填率を測定した。その結果を図4に示す。この図4から、充填率は磁粉(B)が40%付近で極大値をとることが分かる。また、本発明の目的とする、Brが8kG以上、iHcが5kOe以上、(BH)maxが11MGoe以上を満足する磁粉(B)の混合比率は、本実施例の場合は、30~70%の範囲となる。さらに、最高のエネルギー積は40%付近の12.3MGoeであった。

## 【0038】比較例1

実施例1と同じ磁粉の組合せであるが、粉体粒度を同一レベルに、すなわち磁粉(A)と(B)とを共に50~150μmの間に設定し、平均粒径を100μmとして、実施例1と同様にボンド磁石を作製し、磁気特性等を測定した。この場合、磁粉(B)の混合比率10%の減磁曲線から既に目立った変曲点(クニック)が生じはじめ、50%においては、図5に示すように、最大のクニックを生じ、90%においてもクニックの大きさは減少するものの明かに認められた。また、充填率は混合比率に関わらず79%前後とほぼ一定であり、iHcは当然ながら、Brも混合比率に比例する平均的な変化を示した。かかる場合、(BH)maxの値は、クニックの存在により算出の意味を有さず、ボンド磁石も実用に供し難いものである。

## 【0039】比較例2

実施例1の磁粉(B)(交換スプリング磁石磁粉)を残存アモルファス相を有しないものに変更、すなわち磁粉(B)をNd<sub>0.5</sub>Dy<sub>0.5</sub>Fe<sub>7.0</sub>Co<sub>0.7</sub>Ga<sub>1</sub>B<sub>18.5</sub>なる組成の残存アモルファス相を有しないタイプのFe<sub>3</sub>B-Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型交換スプリング磁石として、熱処理済み急冷薄帯の磁気特性を測定したところ、Br=11.9kG、iHc=5.0kOe、(BH)max=1

7. 8 MGoeであった。磁粉 (A) は実施例1と同様に選び、磁粉 (A) を100~250  $\mu\text{m}$  (平均粒径175  $\mu\text{m}$ ) の間に粒度調整し、磁粉 (B) を50  $\mu\text{m}$ 以下 (平均粒径40  $\mu\text{m}$ ) に調整した。磁粉 (B) が100%の単一組成のボンド磁石を作製したところ、Br = 9.2 kGであったが、iHc = 1.7 kOeと急冷薄帯の値に比して大幅に低下し、(BH)max = 4.2 MGoeと低い値となった。一方、磁粉 (B) の粒度を100~250  $\mu\text{m}$  (平均粒径175  $\mu\text{m}$ ) の間に粒度調整した場合の単一組成のボンド磁石は、Br = 9.3 kG、iHc = 4.8 kOe、(BH)max = 10.1 MGoeの優れた磁気特性を有するので、磁粉 (B) は残存アモルファス相を有しないため、粉碎粒度が小さくなると、粉碎歪みの影響を大きくうけるため、磁気特性が大きく低下するものと考えられる。平均粒径40  $\mu\text{m}$ の磁粉 (B) を用いて、実施例1と同様な方法で磁粉 (A) との混合磁粉によるボンド磁石を作製し、その磁気特性等を測定したところ、図6に示す如く、磁粉 (B) の比率が30%付近において充填率の平均値以上への向上と、それに伴うBrの向上は見られたが、iHcの低下が大きいため、この点における(BH)maxの値は、平均値的直線を越えるものではなく、7.7 MGoeと本発明の範囲外の低い値であった。

## 【0040】比較例3

実施例2の磁粉 (B) (交換スプリング磁石) を残存アモルファス相は有するが、iHcが3.5 kOe未満のも

のに変更し、すなわち磁粉 (B) をNd<sub>1</sub>Fe<sub>8.5</sub>Co<sub>4</sub>B<sub>4</sub>なる組成の残存アモルファス相を有する $\alpha$ Fe-Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型交換スプリング磁石として、熱処理済み急冷薄帯の磁気特性を測定したところ、Br = 12.1 kG、iHc = 3.2 kOe、(BH)max = 11.9 MGoeであった。また結晶粒径は10~50 nm、軟磁性アモルファス相は約9.5面積%、軟磁性結晶相は約75面積%であった。磁粉 (A) は実施例2と同様に選び、磁粉 (A) を100~250  $\mu\text{m}$  (平均粒径175  $\mu\text{m}$ ) の間に粒度調整し、磁粉 (B) を50  $\mu\text{m}$ 以下 (平均粒径35  $\mu\text{m}$ ) に調整した。磁粉 (B) が100%の単一組成のボンド磁石を作製したところ、Br = 9.7 kG、iHc = 3.0 kOe、(BH)max = 7.0 MGoeであった。実施例2と同様な方法で磁粉 (A) と (B) との混合磁粉によるボンド磁石を作製し、その磁気特性等を測定したところ、図7に示す如く、磁粉 (B) の比率が40%付近において充填率の平均値以上への向上と、それに伴うBrの向上は見られたが、混合平均的変化を示すiHcの低下が著しく、該40%の点においても(BH)maxは9.8 MGoeと本発明の範囲外の低い値であった。

【0041】実施例1、2及び比較例1~3に用いた磁粉 (A) 及び (B) の特性を表1に示す。尚、前記した実施態様として示した例についても併せて示す。

## 【0042】

【表1】

		実施 態様	実施例		比較例		
			1	2	1	2	3
(A)	希土類元素含有量(at.%)	11	8.5	9.5	8.5	8.5	9.5
	薄帯のiHc (kOe)	12.9	11.1	12.9	11.1	11.1	12.9
	薄帯のBr (kG)	9.7	8.6	8.4	8.6	8.6	8.4
	薄帯の(BH)max (MGoe)	20.1	15.2	14.7	15.2	15.2	14.7
	平均粉体粒径 ( $\mu\text{m}$ )	150	175	200	100	175	175
(B)	希土類元素含有量(at.%)	7.5	7	8	7	5	7
	薄帯のiHc (kOe)	4.8	4.7	5.0	4.7	5.0	3.2
	薄帯のBr (kG)	11.9	11.6	12.1	11.6	11.9	12.1
	薄帯の(BH)max (MGoe)	18.8	18.6	19.7	18.6	17.8	11.9
	結晶粒径 (nm)	10~50	20~60	10~40	20~60	10~60	10~50
	アモルファス相 (面積%)	約8	約9	約7.5	約9	0	約9.5
軟磁性結晶相 (面積%)		約60	約65	約60	約65	約70	約75
平均粉体粒径 ( $\mu\text{m}$ )		50	35	30	100	40	35

## 【0043】

【発明の効果】叙上のとおり、本発明は、特定の磁粉の組合せによる複合効果により、希土類元素が低含有量であるにも拘らず、 $B_r$ が8kG以上、 $iHc$ が5kOe以上、 $(BH)_{max}$ が1.1MGoe以上を満足する、高性能Nd系ボンド磁石を経済的に安価に提供するものである。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】実施態様における磁粉(A)/(B)=50/50の場合の希土類ボンド磁石の減磁曲線である。

【図2】実施態様における希土類ボンド磁石の磁気特性

と磁粉充填率を示すグラフである。

【図3】実施例1における希土類ボンド磁石の磁気特性と磁粉充填率を示すグラフである。

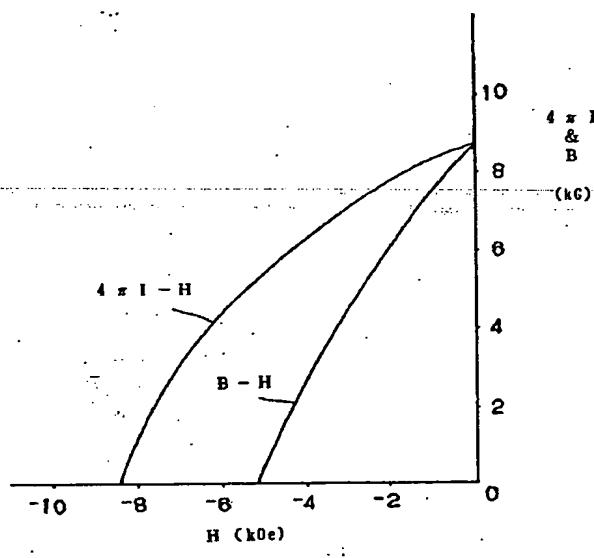
【図4】実施例2における希土類ボンド磁石の磁気特性と磁粉充填率を示すグラフである。

【図5】比較例1における磁粉(A)/(B)=50/50の場合の希土類ボンド磁石の減磁極線である。

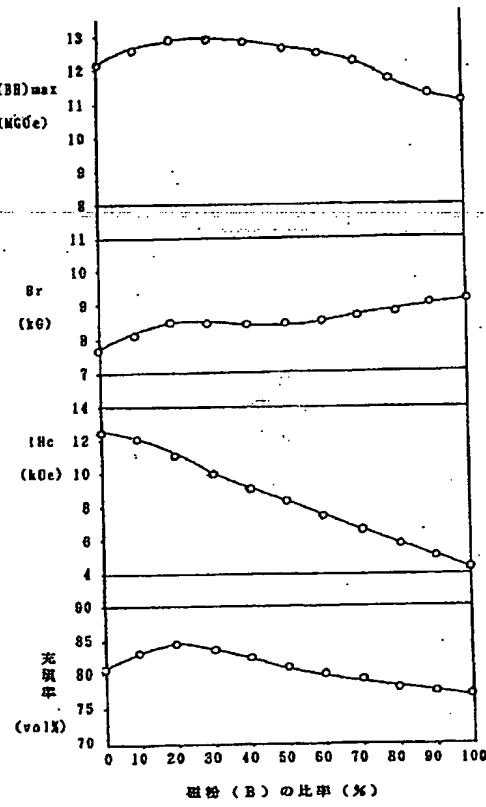
【図6】比較例2における希土類ボンド磁石の磁気特性と磁粉充填率を示すグラフである。

【図7】比較例3における希土類ボンド磁石の磁気特性と磁粉充填率を示すグラフである。

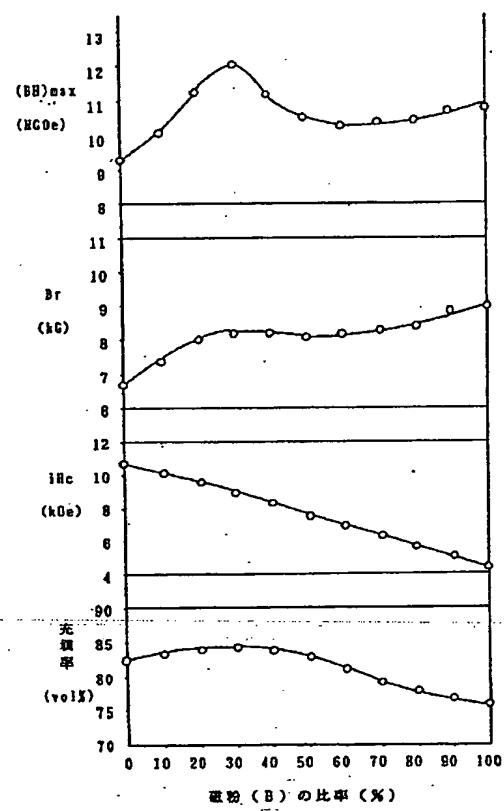
【図1】



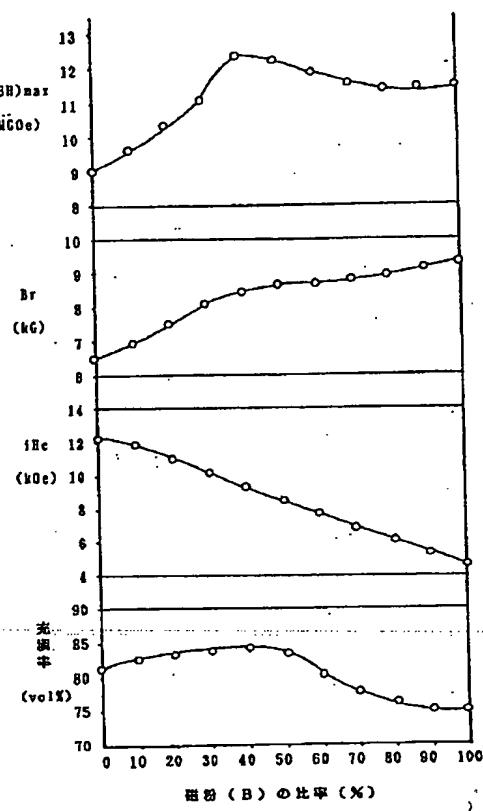
【図2】



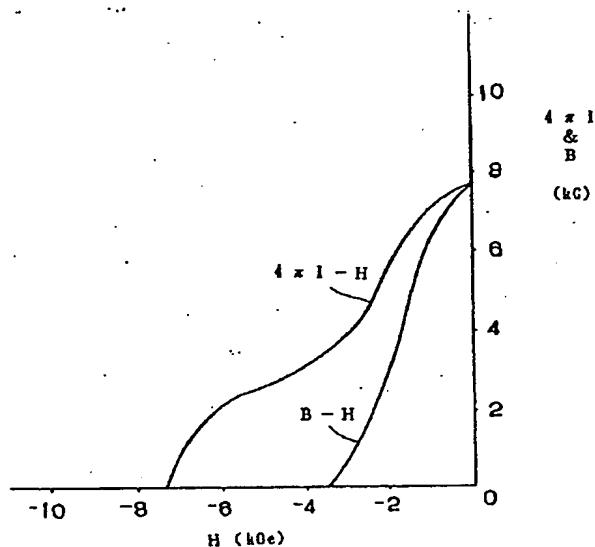
【図3】



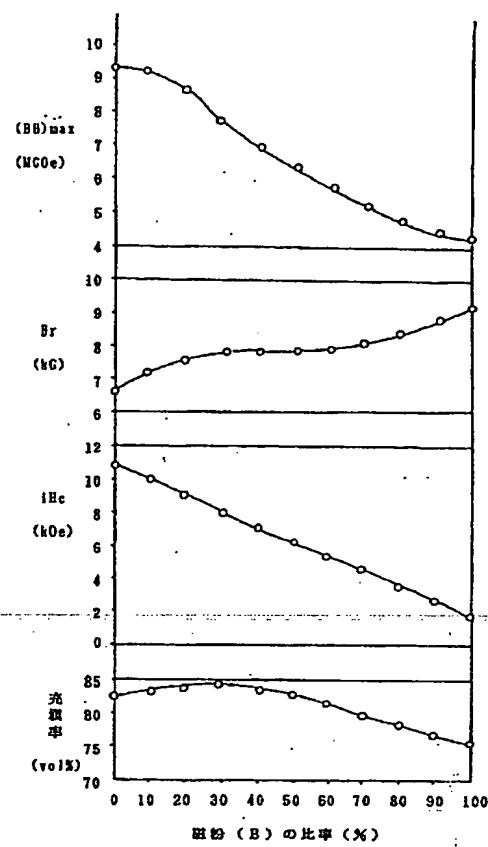
【図4】



【図5】



【図6】



【図7】

